

© EPDOC / EPO

PN - DE19909228 A1 20000907  
 PD - 2000-09-07  
 PR - DE19991009228 19990303  
 OPD - 1999-03-03  
 TI - Process for boiling liquid samples down to a residual volume comprises feeding the results from a sensor for determining the position of the liquid level in a vaporizing vessel to a controller  
 AB - Process for boiling liquid samples down to a residual volume comprises feeding the results from a sensor for determining the position of the liquid level in a vaporizing vessel to a controller so that the vaporizing parameters control the course of the vaporizing process. An Independent claim is also included for a device for carrying out the boiling down process comprising a control device to which the measured results from a sensor (10a) are fed to control the course of vaporization. Preferred Features: The vaporizing vessel is inserted into a tempering bath (2), the vessel and bath being heated by an infra-red radiation device. The sensor is an optical sensor.  
 IN - BEHRE FRANK [DE]; BAUMANN MICHAEL [DE]  
 PA - LC TECH GMBH [DE]  
 ICO - S01N1/40B  
 EC - G01F23/24B; G01F23/292B; G01F23/72; G01G17/04; G01N1/40  
 IC - B01D1/00; B01D3/42  
 CT - DE3522607 A1 [ ]; DE3511981 A1 [ ]; DE3141817 A1 [ ]

© WPI / DERWENT

TI - Process for boiling liquid samples down to a residual volume comprises feeding the results from a sensor for determining the position of the liquid level in a vaporizing vessel to a controller  
 PR - DE19991009228 19990303  
 PN - DE19909228 A1 20000907 DW200054 B01D1/00 024pp  
 PA - (LCTE-N) LC TECH GMBH  
 IC - B01D1/00 ;B01D3/42  
 IN - BAUMANN M; BEHRE F  
 AB - DE19909228 NOVELTY - Process for boiling liquid samples down to a residual volume comprises feeding the results from a sensor for determining the position of the liquid level in a vaporizing vessel to a controller so that the vaporizing parameters control the course of the vaporizing process.  
 - DETAILED DESCRIPTION - An INDEPENDENT CLAIM is also included for a device for carrying out the boiling down process comprising a control device to which the measured results from a sensor (10a) are fed to control the course of vaporization. Preferred Features: The vaporizing vessel is inserted into a tempering bath (2), the vessel and bath being heated by an infra-red radiation device. The sensor is an optical sensor.  
 - USE - For boiling liquid samples down to a residual volume.  
 - ADVANTAGE - The course of the vaporizing can be easily controlled.  
 - DESCRIPTION OF DRAWING(S) - The drawing shows a schematic view of the vaporizing vessel.  
 - tempering bath 2  
 - sensor 10a  
 - (Dwg.4/37)  
 OPD - 1999-03-03  
 AN - 2000-573270 [54]



①9 BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENT- UND  
MARKENAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**  
⑩ **DE 199 09 228 A 1**

⑤① Int. Cl.7:  
**B 01 D 1/00**  
B 01 D 3/42

②① Aktenzeichen: 199 09 228.1  
②② Anmeldetag: 3. 3. 1999  
②③ Offenlegungstag: 7. 9. 2000

DE 199 09 228 A 1

⑦① Anmelder:  
LC Tech GmbH, 84405 Dorfen, DE  
  
⑦④ Vertreter:  
Seidel, H., Dipl.-Phys., Pat.-Anw., 84494 Lohkirchen

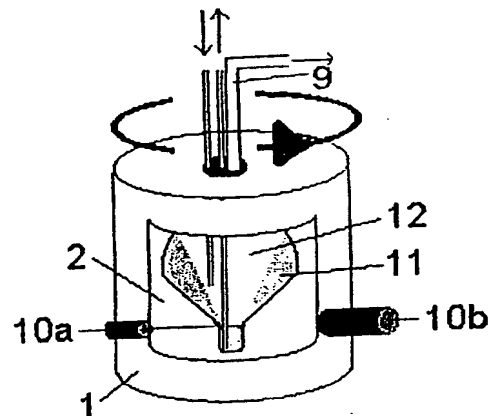
⑦② Erfinder:  
Behre, Frank, 85354 Freising, DE; Baumann,  
Michael, 84405 Dorfen, DE

⑤⑥ Entgegenhaltungen:  
DE 35 22 607 A1  
DE 35 11 981 A1  
DE 31 41 817 A1

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

- ⑤④ Verfahren und Vorrichtung zum Eindampfen von Flüssigkeitsproben auf ein bestimmbares Restvolumen.
- ⑤⑦ Ein Verfahren zum Eindampfen von Flüssigkeitsproben auf ein bestimmbares Restvolumen, bei dem die Lage des Flüssigkeitsspiegels in einem Verdampfungsgefäß mit einem oder mehreren Sensoren erfasst wird und deren Messergebnisse so an eine Regeleinrichtung weitergeleitet werden, dass nach Maßgabe des jeweiligen Flüssigkeitsspiegels die Verdampfungsparameter in gegenseitiger Abhängigkeit den Ablauf des Verdampfungsorganges steuern.



DE 199 09 228 A 1

## Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Eindampfen von Flüssigkeitsproben auf ein bestimmbares Restvolumen, bei dem mit mindestens einem Sensor die Lage des Flüssigkeitsspiegels in einem Verdampfungsgefäß erfaßt wird und ferner Vorrichtungen zur Durchführung dieses Verfahrens.

In der Technik sind bereits Rotationsverdampfer bekannt, die zur Bestimmung des Restvolumens eins von zwei ineinander gelösten Stoffen eingesetzt werden. Die Lösung befindet sich dabei in einem Kolben, der in einem Heizbad rotiert. Während einer Aufheizphase verdampft das eine Lösungsmittel und wird über eine nachgeschaltete Kühlfalle wieder gewonnen. Die im Verdampfungsgefäß verbliebene Restmenge des gelösten Stoffes wird durch visuelle Beobachtung bestimmt.

Diese Arbeitsweise ist jedoch nicht nur zeitraubend und umständlich, sondern erfordert wegen der auf visuellen Beobachtungen beruhenden Entscheidung große Erfahrung. Dennoch bleiben die Ergebnisse relativ ungenau.

Ferner ist es bereits bekannt, einen erwärmten Stickstoffstrom durch die in einem Kolben befindliche Lösung zu schicken. Durch optische oder akustische Signale wird das Erreichen des gewünschten Restvolumens der Lösung angezeigt.

Auch bei diesem Verfahren ist große Erfahrung erforderlich, um die richtige Temperatur individuell zu wählen und die Geschwindigkeit des jeweiligen Verdampfungsvorganges einzustellen.

Der Erfinder hat sich die Aufgabe gestellt, ein Verfahren anzugeben, mit dem eine objektive Erkennung des Verlaufs des Verdampfungsvorganges und dessen Steuerung möglich ist und ferner die für die Durchführung des Verfahrens geeigneten Vorrichtungen zu entwickeln.

Dies wird nach der Erfindung dadurch erreicht, dass das oder die Messergebnisse des oder der Sensoren so an eine Regeleinrichtung weitergeleitet werden, dass nach Massgabe des jeweiligen Flüssigkeitsspiegels die Verdampfungsparameter in gegenseitiger Abhängigkeit den Ablauf des Verdampfungsvorganges steuern.

Da während des gesamten Verdampfungsverlaufs durch den oder die Sensoren der jeweilige Flüssigkeitspegel im Verdampfungsgefäß überwacht wird und der Regeleinrichtung durch Signale übermittelt wird und die Verdampfungsparameter, wie Druck, Temperatur etc. in gegenseitiger Abhängigkeit den Verdampfungsvorgang steuern, ist es möglich, dass der Verdampfungsvorgang objektiv optimal verläuft.

In den Unteransprüchen sind als Beispiele einige Meßtechniken angegeben, bei denen Sensoren vorzugsweise zur Bestimmung der jeweiligen Lage des Flüssigkeitsspiegels während des Verdampfungsvorganges und zur Steuerung der Regeleinrichtung eingesetzt werden.

Für eine vorzugsweise Durchführung des Verfahrens zur Einengung der Probenmaterialien und zur Bestimmung des Restvolumens des einen Bestandteiles wird die zu verdampfende Flüssigkeitsprobe in das Verdampfungsgefäß gefüllt und in ein Heizbad eingesetzt. Die Flüssigkeitsprobe kann dabei auf einmal oder auch kontinuierlich dem Verdampfungsgefäß zugeführt werden. Die Temperatur des Heizbades wird entsprechend den Signalen der Regeleinrichtung eingestellt, während das Verdampfungsgefäß um seine Längsmittelachse mit entsprechend steuerbarer Umdrehungsgeschwindigkeit so lange rotiert wird, bis das Erreichen des gewählten Restvolumens durch eine Anzeigevorrichtung angezeigt wird.

Vorzugsweise wird der Verdampfungskolben mit einer Vakuumvorrichtung verbunden, um die Möglichkeit zu ha-

ben, das verdampfende Lösungsmittel abzusaugen und durch Änderung des Druckes im Verdampfungskolben den Siedepunkt des Lösungsmittels zu verändern. Abhängig davon wird auch die erforderliche Temperatur des Heizbades bestimmt und entsprechend verändert.

Diese Änderungen der Parameter, beispielsweise Druck, Temperatur und Rotationsgeschwindigkeit, erfolgen stets durch Signale, die von der Regeleinrichtung ausgesandt werden, die ihrerseits von den durch die Sensoren erzeugten Meßdaten gesteuert wird.

Diese sich selbst steuernde Restvolumenbestimmung ist objektiv, sie führt bei beliebiger Wiederholung zu reproduzierbaren Ergebnissen und der Verdampfungsvorgang läuft entsprechend den jeweiligen Versuchsvorgaben optimiert ab.

Bevorzugte Ausbildungen der für die Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens geeigneten und bevorzugten Vorrichtungen zur Bestimmung des Restvolumens ergeben sich aus den Unteransprüchen sowie aus der Beschreibung einer Anzahl von Versuchsanordnungen anhand der Zeichnung.

Hierin zeigen

Fig. 1 bis 6 in schematischer Darstellung die Verfahrensschritte bei der Restmengenbestimmung unter Anwendung einer Lichtschranke als Sensor für die erforderlichen Versuchsparameter wie Druck, Temperatur und Rotationsgeschwindigkeit,

Fig. 6a ein Blockdiagramm für die Steuerung des Verdampfungsvorganges,

Fig. 7 eine schematische Darstellung einer Zusatzvorrichtung für das Auffüllen auf ein definiertes Flüssigkeitsvolumen unter Verwendung einer weiteren Licht-Lichtschranke als Anzeige- und Regeleinrichtung,

Fig. 8 bis 12 eine Abwandlung der Meßvorrichtung nach Fig. 1 bis 6 durch Verwendung einer Mehrzahl von Lichtschranken,

Fig. 11a ein Blockdiagramm für die Steuerung durch eine Mehrzahl von Lichtschranken,

Fig. 12 bis 16 eine Meßtechnik unter Verwendung eines Widerstandes als Sensor für die Steuerung des Verdampfungsvorganges,

Fig. 16a ein Blockdiagramm für die Steuerung mittels eines Widerstandssensors,

Fig. 17 bis 21 eine Meßtechnik unter Anwendung der Leitfähigkeit eines Nichtelektrolyten,

Fig. 21a ein Blockdiagramm für die Steuerung bei Einsatz der Leitfähigkeitstechnik bei Nichtelektrolyten,

Fig. 22 bis 26 eine Meßtechnik unter Anwendung von Gasionisations-Funkenentladungsmessung,

Fig. 26a ein Blockdiagramm für die Steuerung bei Einsatz der Gasionisations-Funkenentladung,

Fig. 27 bis 30 eine Meßtechnik unter Verwendung einer Waage,

Fig. 30a ein Blockdiagramm für die Steuerung bei Verwendung einer Waage als Sensor,

Fig. 31 bis 34 eine Meßtechnik unter Verwendung der Induktionsspannungsmessung,

Fig. 34a ein Blockdiagramm für die Steuerung bei Anwendung von Induktionsströmen und

Fig. 35 bis 37 eine Meßtechnik für die Steuerung unter Verwendung eines Auffanggefäßes.

Sich entsprechende Komponenten der Vorrichtung sind in den Figuren mit übereinstimmenden Bezugszeichen gekennzeichnet.

Ein Gefäß 1, dessen Innenraum mit einer erwärmbaren Flüssigkeit 2 gefüllt ist, ist mit einer regelbaren Heizung (nicht dargestellt) verbunden. In dem Flüssigkeitsbad 2 befindet sich ein Verdampfungskolben 4, der sich an seinem

unteren Ende zylindrisch oder birnenförmig verjüngend in einen Fortsatz 3 fortsetzt. Der Kolben 4 ist um seine vertikal verlaufende Mittelachse rotierbar, wobei die Drehung des Verdampfungskolbens 4 durch einen mit Drehzahlregler 102a gesteuerten Motor 102 verändert wird.

In den oben dicht verschließbaren Verdampfungskolben 4 ragt eine Zuleitung 5 für die zu verdampfende Flüssigkeitsprobe 6, ferner ein Rohrstutzen 7 für das Absaugen der im Fortsatz 3 verbliebenen Restmenge nach Abschluß des Verdampfungsvorganges und eine Spülleitung 8 (siehe Fig. 7) für die Zuführung eines zum vollständigen Ausspülen der Restmenge dienenden reinen Lösungsmittels. Über einen Vakuumschlauch 9 werden die im Verdampfungskolben 4 befindliche Luft sowie die während des Verdampfungsvorganges entstehenden Lösungsmitteldämpfe abgesaugt und der Druck im Kolben geregelt. Die Leistung der mit dem Vakuumschlauch 9 verbundenen Pumpe 103 ist über einen Druckregler 103a regelbar. Eine Lichtschranke 10a, b als Sensor befindet sich außerhalb des Gefäßes 1 für das Heizbad 2 und zwar in Höhe des birnenförmigen Fortsatzes 3 des Verdampfungskolbens 4, das heißt in einer Höhe, die der Flüssigkeitsspiegel der Restmenge nach Beendigung des Verdampfungsvorganges einnehmen soll. Der Sensor in Form einer Lichtschranke ist durch eine Leuchtdiode 10a und eine ihr gegenüberliegende Empfängerdiode 10b gebildet.

Die Anordnung der Lichtschranke 10a, b ist dabei so getroffen, dass die Empfängerdiode 10b kein Licht der Leuchtdiode 10a empfängt, wenn sich der Flüssigkeitsspiegel im Verdampfungskolben 4 unterhalb der Lichtschranke befindet. Sobald der Flüssigkeitsspiegel über das Niveau der Lichtschranke 10a, b ansteigt, wird der von der Leuchtdiode 10a ausgesandte Strahl so im Füllmedium abgelenkt, dass er die Empfängerdiode 10b erreicht. Nähere Einzelheiten dieser Meßtechnik sind in der deutschen Patentanmeldung 198 51 158.2 erläutert.

Es bleibt aber dem Belieben der Versuchsperson überlassen, ob sie bei der herkömmlichen Lichttechnik bleiben und das Füllkriterium mit anderer Anordnung der Lichtschranke, z. B. mit einer mittigen Durchstrahlung des Verdampfungskolbens bestimmen will.

Im folgenden werden die im Laufe des Verdampfungsvorganges durchlaufenden Verfahrensstufen erläutert, wobei auf die Meßtechnik nach der deutschen Patentanmeldung 198 51 258.2 Bezug genommen wird.

#### Verfahrensstufe 1

Der Verdampfungskolben 4 ist leer oder das Volumen der zu verdampfenden Flüssigkeit 6 befindet sich noch unterhalb der Lichtschranke 10a, b. Die Empfängerdiode 10b registriert kein Licht, es gelangen daher keine Signale an einen Drehzahlregler 102a, der wiederum mit der Regeleinrichtung 100 verbunden ist. Diese schickt auch keine Signale an den Thermoregler 105a der Heizung 105 für das Heizbad 2.

Während des Zulaufes der Flüssigkeit aus dem Reservoir 110, gesteuert durch das Ventil 110a, also während des Füllvorganges herrscht im Verdampfungskolben 4 Atmosphärendruck und Raumtemperatur. Der Kolben steht still (siehe Fig. 1).

#### Verfahrensstufe 2

Sobald der Flüssigkeitspegel im Verdampfungskolben das Niveau der Lichtschranke 10a, b überschreitet, registriert die Empfängerdiode 10 Licht und signalisiert dem Drehzahlregler 102a den Arbeitsbeginn des Motors 102.

Dieser bewirkt bei der Regeleinrichtung 100, dass der Druck entsprechend der Drehzahl reduziert wird. Ferner veranlaßt die Regeleinrichtung 100 den Beginn der Heizung, die Temperatur des Heizbades 2 wird erhöht. Bei jetzt erhöhter Temperatur und verringerter Temperatur beginnt die Verdampfung des Lösungsmittels.

Durch die Zuleitung 5 tropft noch kontinuierlich Probenflüssigkeit in den Verdampfungskolben 4. Infolge der durch die Drehung des Verdampfungskolbens 4 erzeugten Zentrifugalkraft bildet sich eine Flüssigkeitsschicht 11 an der Innenwandung des Verdampfungskolbens 4 beziehungsweise ein Luftkegel 12 (siehe Fig. 3).

#### Verfahrensstufe 3

Der Füllvorgang ist abgeschlossen. Die Lichtschranke 10a, b registriert weiterhin Lichtimpulse, die an den Drehzahlregler 102a gelangen. Kontinuierlich wird die Drehzahl erhöht, sowie auch die anderen Parameter entsprechend geändert, bis schließlich der sich an die Innenwandung anleghende Flüssigkeitsfilm von der im birnenförmigen Fortsatz 3 des Verdampfungskolbens 4 befindlichen Flüssigkeit 6 abreißt und die Lichtschranke 10a, b keine Lichtimpulse mehr erhält. (Zustand 0).

Das verdampfte Lösungsmittel wird weiterhin durch die Leitung 9 abgesaugt. Die Konzentration der erwünschten Flüssigkeitskomponente steigt an.

#### Verfahrensstufe 4

Nun wird die Drehzahl wieder schrittweise verringert, bis die an der Innenwand des Verdampfungskolbens 4 hochgestiegene Flüssigkeit 11 nach unten wandert und sich wieder mit der im birnenförmigen Fortsatz 3 befindlichen Flüssigkeitsmenge 6 vereinigt. Die Lichtschranke 10a, b erhält erneut Lichtimpulse (Zustand 1) (siehe Fig. 5). Dies bewirkt wieder eine Erhöhung der Drehzahl, bis wieder der Zustand 0 der Lichtschranke erreicht wird (Pendelvorgang). Eine Drehzahlsteigerung führt zu einer Temperatursteigerung und Druckverminderung. Das Absenken der Drehzahl veranlaßt ein Abnehmen der Temperatur und Drucksteigerung.

#### Verfahrensstufe 5

In der Folge wiederholt sich das oben beschriebene Wechselspiel solange, bis schließlich durch die Lichtschranke 10a, b, angezeigt wird, dass sie während längerer Zeit, das heißt, trotz stetiger Reduktion der Drehzahl, z. B. mindestens über 10 Sek. dauernd, kein Licht empfängt. Dies bedeutet für die Versuchsperson, dass der Verdampfungsvorgang abgeschlossen ist. Es befindet sich nur noch in dem birnenförmigen Fortsatz 3 eine Restmenge an Flüssigkeit, die das vorgegebene Volumen einnimmt (siehe Fig. 6).

Sobald das gewünschte Endvolumen der Lösung erreicht ist, wird der Verdampfungskolben belüftet, die Heizung 105 und die Rotation des Kolbens 4 werden abgeschaltet.

Der vorstehend beschriebene Regelvorgang ist in Fig. 6a in Form eines Blockdiagrammes wiedergegeben. Signale der Lichtschranke 10a, b werden dem dem Drehzahlregler 102 zugeführt, der seinerseits Impulse an den Motor 102, der die Rotation des Verdampfungsgefäßes 3, 4 bewirkt und an die Regeleinrichtung 100 schickt. Die Regeleinrichtung 100 schickt in Abhängigkeit von der Drehzahl Impulse an den Druckregler 103, der den Druck im Verdampfungsgefäß absenkt. Ferner wird in Abhängigkeit von der Drehzahl ein Temperaturwert an den Thermoregler 105 weitergegeben, der die Heizung 105 für das Heizbad 2 schaltet, um die Temperatur im Verdampfungsgefäß 3, 4 zu erhöhen.

Die erhaltene Restmenge 6 wird dann, wie dies in Fig. 7 gezeigt ist, mittels der Absaugleitung 7 aus dem birnenförmigen Fortsatz 3 des Verdampfungskolbens 4 abgesaugt, und mit Hilfe einer durch einen Roboterarm 14 bewegbaren Nadel mit Nadelschleife 15a in ein Probegläschen 16 übergeleitet. Über die Spüleleitung 8 wird das Innere des Verdampfungskolbens 4 mit einem reinen Lösungsmittel ausgespült, das zusammen mit den restlichen noch im Kolben befindlichen aufkonzentrierten Bestandteilen ins Probegläschen 16 übergeleitet wird.

Der Inhalt des Probegläschens 16 wird zusätzlich noch mit reinem Lösungsmittel bis zu einem gewünschten Endvolumen aufgefüllt. Das Erreichen dieses Endvolumens wird mit Hilfe der gleichen Lichtschrankentechnik unter Einsatz der Lichtschränke 17a, b festgestellt.

In den Fig. 8 bis 11 ist eine weitere Messeinrichtung und deren Wirkungsverlauf während des Verdampfungsvorganges schematisch dargestellt.

Im vorliegenden Beispiel befindet sich der Verdampfungskolben 3, 4 nicht in einem Heizbad, sondern wird unmittelbar z. B. mit Hilfe von Mikrowellen oder dergleichen beheizt. In den Verdampfungskolben wird ein trockener Luftstrom eingeleitet, der das verdampfte Lösungsmittel aufnimmt und mit sich fortführt. Der Verdampfungskolben wird mit konstanter, relativ geringer Drehzahl rotiert, um einem Siedeverzug vorzubeugen.

An der Aussenseite des Verdampfungskolbens 3, 4 sind eine Mehrzahl von Lichtschranken 18a, b<sub>(1...n)</sub> vertikal in Abständen übereinander angeordnet. Beim Absinken des Flüssigkeitsspiegels empfangen die Empfängerdioden der jeweils über dem Flüssigkeitsspiegel befindlichen Lichtschranken 18a, b Licht der Senderdiode. Sie signalisieren der Regeleinrichtung 100, dass sich der Verdampfungsvorgang mit gesteuerter, entsprechender Geschwindigkeit fortsetzen soll, bis schließlich die unterste Lichtschränke 18a, b<sub>n</sub> ebenfalls Signale aussendet und damit der Regeleinrichtung anzeigt, dass das gewünschte Restvolumen erreicht wurde.

Dabei werden alle Lichtschranken 18a, b<sub>(1...n)</sub> periodisch, z. B. alle 5 Sekunden, abgefragt. In Abhängigkeit davon, wieviele Lichtschranken Licht registrieren, steuert die Regeleinrichtung 100 einen Thermoregler 105a, der veranlaßt, dass die Heizung 105 die Temperatur um vordefinierte Gradschritte erhöht bzw. senkt und signalisiert dem Druckluftreservoir 106, die Luftzuführung zu verstärken oder gegebenenfalls zu verringern.

Beim Füllen nimmt die Anzahl der Lichtschranken 18a, b<sub>(1...n)</sub> die Licht registrieren, ab. Entsprechend dieser Anzahl wird die Temperatur und die Luftzufuhr erhöht. Maximale Temperatur- und Luftzufuhr wird erreicht, wenn keine Lichtschränke mehr Licht empfängt. Beim Verdampfen nimmt die Anzahl der Lichtschranken 18a, b<sub>(1...n)</sub> Licht empfängt, wieder zu, entsprechend dieser Anzahl wird die Temperatur- und Luftzufuhr reduziert.

Aus den Fig. 8 bis 11 läßt sich erkennen, welche der Lichtschranken 18a, b<sub>(1...n)</sub> aufgrund des Lichtdurchganges durch das Lösungsmittel keine Lichtimpulse erhalten. Fig. 11 zeigt den Endzustand des Verdampfungsvorganges. Das Licht der Senderdiode 18a geht durch den von Lösungsmittel freien Verdampfungskolben 3, 4 und gelangt an die Empfängerdiode 18b. Sobald die Regeleinrichtung 100 von der untersten Lichtschränke 18a, b<sub>n</sub> länger als etwa 10 Sekunden Lichtimpulse erhält, schaltet sie alle Versuchsparameter ab. Es befindet sich nur noch die Restmenge in dem Verdampfungskolben 3, 4. Der Versuch ist beendet.

Ein der Fig. 6a entsprechendes Blockdiagramm 11a zeigt den Vorgang der Regelung des Verdampfungsvorganges bei Verwendung mehrerer Lichtschranken 18a, b<sub>(1...n)</sub> und einem direkt beheizten Verdampfungskolben 3, 4, dem trok-

kene Luft aus einem Druckluftreservoir 106 in regeltem Zustrom (Durchflußregler 106a) zugeführt wird. Der Motor 102 dreht das Verdampfungsgefäß 3, 4 mit konstanter geringer Geschwindigkeit, um einen Siedeverzug zu vermeiden.

Die jeweils oberhalb des Flüssigkeitsspiegels im Verdampfungsgefäß 3, 4 befindlichen Lichtschranken 18a, b signalisieren der Regeleinrichtung 100 den Luftzustrom aus dem Druckluftreservoir 106 um vorbestimmte Schritte ansteigen zu lassen. Ferner steuert die Regeleinrichtung 100 den Thermoregler 105a, der bewirkt, dass die Temperatur des Heizbades sich erhöht. Die Regeleinrichtung 100 ist dabei so programmiert, dass sie kontinuierlich z. B. in 5 Sekundenschritten den Zustand der Lichtschranken 18a, b<sub>(1...n)</sub> abfragt. Dabei sind die von der Regeleinrichtung 100 an das Druckluftreservoir 106 und den Thermoregler 105a geschickten Signale abhängig von der Lage bzw. der Anzahl der die Lichtimpulse aussendenden Lichtschranken 18a, b<sub>(1...n)</sub>. Das heißt es ist ein individuell gesteuerter Verdampfungsablauf möglich. Sobald der Regeleinrichtung 100 länger als 5 Sekunden, z. B. nach 10 Sekunden, kontinuierlich von allen Lichtschranken 18a, b<sub>(1...n)</sub> Impulse zugeführt werden, schaltet sie die Regelparameter des Versuchs ab und der Versuch ist beendet.

Für die Feststellung des Durchganges eines Flüssigkeitsspiegels durch eine Messeinrichtung mit optischen Sensoren kann auch der Unterschied der stofflichen Eigenschaften von Luft und Lösungsmittel herangezogen werden. Bei dem Absinken des Flüssigkeitsspiegels durch die Ebene der Meßeinrichtung ändern sich die optischen Verhältnisse wie Brechung und Reflexionen in der Messebene. Dadurch verändert sich auch die Strahlungsintensität des von einem Sender zum Empfänger gelangenden Lichts. Die von dieser abhängige Signallänge steuert die Regeleinrichtung, die ihrerseits die Versuchsparameter, wie Druck, Temperatur, Rotationsgeschwindigkeit etc. entsprechend steuert. Das Arbeitsprinzip stimmt im wesentlichen mit den vorstehend beschriebenen Arbeitsweisen überein und kann entsprechend der vorgeschriebenen Technik durchgeführt werden.

Im folgenden werden ausgewählte für die Meniskusbestimmung geeignete Sensoren beschrieben.

In den Fig. 12 bis 16 ist schematisch die Bestimmung des Flüssigkeitsspiegels bei Einsatz eines in seiner Höhe verstellbaren Widerstandssensors gezeigt:

Das als Widerstand 19 ausgebildete Ende eines Widerstandssensors 19a in einem Stromkreis 20 taucht in die im Verdampfungskolben 3, 4 ein. Der Widerstand 19 erwärmt sich in Luft bei einem vorgegebenen, in einem Amperemeter 21 angezeigten Stromdurchgang (Fig. 13). Sobald der Widerstand 19 in die Lösung eintaucht, kühlt er sich ab, der Widerstandswert sinkt, die Anzeige des Amperemeters 21 steigt (Fig. 12a).

Es wird zunächst der Strom bei in Luft befindlichem Widerstand 19 bestimmt (Fig. 12). Der Widerstand 19 befindet sich zunächst in Luft. Sobald während des Füllvorganges der Widerstand in die Flüssigkeit taucht, steigt die Anzeige des Amperemeters 21 und signalisiert der Stellvorrichtung 108, sich soweit aufwärts zu bewegen, bis der Widerstandssensor 19a keinen Kontakt mehr zur Lösung hat. (Fig. 12a, Fig. 13) Der mit der Stellvorrichtung 108 verbundene Positionssensor 108a signalisiert der Regeleinrichtung, den Verdampfungsvorgang einzuleiten und in Abhängigkeit von seiner Position die Druck- und Temperaturwerte zu regeln. Sobald der Flüssigkeitsspiegel unter das Ende des Widerstandssensors 19a absinkt, steigt dessen Widerstandswert auf den Anfangswert an, die Anzeige des Amperemeters sinkt (Fig. 13). Während des Verfahrens bewirkt die Stellvorrichtung 108 eine wiederholte Auf- und Abbewegung des Widerstandssensor 19a im Bereich des Flüssigkeitspe-

gels. Das Amperemeter seinerseits steuert die Stellvorrichtung 108 und diese den Ablauf des Verdampfungsvorganges. Schließlich ist der Widerstandssensor 19a pendelnd bis zu einem Endpunkt hinuntergefahren, der dem Flüssigkeitsspiegel des gewünschten Restvolumens entspricht. Siehe Fig. 16. Der Widerstandswert steigt auf seinen anfänglichen Wert an. Die Programmierung ist so vorgenommen worden, dass die Regeleinrichtung 100, sofern sich der Widerstandswert während 10 Sekunden nicht mehr ändert, den Verdampfungsvorgang abschaltet.

Aus dem Blockdiagramm 16a ist der Regelablauf des Verdampfungsvorganges bei Anwendung des Widerstandssensors 19a zu ersehen.

Der Widerstandssensor 19a bestimmt die im Amperemeter 21 feststellbare Stromhöhe (0,1). Durch die jeweilige Anzeige 0 bzw. 1 wird die Stellvorrichtung 108 gesteuert, die ihrerseits die Position des Widerstandssensors 19a ändert. Der Positionssensor 108a der Stellvorrichtung 108 gibt an die Regeleinrichtung 100 ein positionsabhängiges Signal, mit dem der Druckregler 103a und der Thermoregler 105a gesteuert werden.

Der Motor 102 bewirkt auch hier eine konstante geringe Umdrehung des Verdampfungsgefäßes 3, 4 um einem Siedeverzug und damit eventuellen Fehlanzeigen des Widerstandssensors 19a vorzubeugen.

Alternativ kann auch ein Widerstandssensor mit negativem Temperaturkoeffizient verwendet werden. Bei diesem Widerstandssensor sinkt der Widerstand bei steigender Temperatur ab und steigt bei fallender Widerstandstemperatur an. Die Steuerung der Regeleinrichtung erfolgt dann entsprechend.

Man kennt auch Wärmeleitfähigkeitssensoren in Form kleiner eingeschmolzener Thermistoren mit negativen Temperaturkoeffizient. Diese Thermistoren werden auf Temperaturen von ca. 200°C aufgeheizt. Infolge der besseren Wärmeleitung der Flüssigkeit kühlt sich der Thermistor beim Übergang Luft/Flüssigkeit ab, wodurch sein elektrischer Widerstand steigt. Der Einsatz dieser Thermistoren zur Regelung des Verdampfungsvorganges erfolgt entsprechend der vorstehend im Zusammenhang mit den Widerstandssensoren mit negativen Temperaturkoeffizienten beschriebenen Verfahrensweise.

Als Steuersignale für die Stellvorrichtung können auch Stromsignale dienen, die bei Leitfähigkeitsmessungen den Anstieg bzw. den Abfall der Leitfähigkeit anzeigen. Voraussetzung hierbei ist, dass die zu bestimmende Lösung elektrisch leitfähig ist und beim Stromdurchgang keine elektrolytische Zersetzung erleidet. Im letzteren Fall, also bei Salzen, Säuren und Basen müsste man sich mit kleinen Elektroden, die in der jeweiligen Messebene in der Glaswand des Kolbens eingeschmolzen sind, behelfen.

In den Fig. 17 bis 21 ist das Messprinzip unter Anwendung der Leitfähigkeitsmesstechnik bei Nichtelektrolyten erläutert.

Tauchen die Elektroden in die Lösung ein, fließt im Amperemeter ein Strom, befinden sich die Elektroden in der Luft, also oberhalb des Flüssigkeitsspiegels, fließt kein Strom. Um eine kontinuierliche Steuerung des Verdampfungsvorganges durchführen zu können, ist ebenfalls eine Stelleinrichtung vorgesehen, die dazu dient, die Höhe der Elektroden relativ zum Flüssigkeitsspiegel verändern zu können.

In Fig. 17 befindet sich ein Leitfähigkeitssensor 22 mit den Elektroden 22a, b in Kontakt mit der im Verdampfungskolben 3, 4 befindlichen Lösung. Ein Amperemeter 21 stellt die jeweilige Stromhöhe (0,1) fest und steuert die Stellvorrichtung 108 für den Verdampfungsverlauf. Im Zustand der Fig. 17 sind die Elektroden 22a, b in Kontakt mit der Lö-

sung. Das Amperemeter 21 registriert eine hohe Leitfähigkeit, es fließt ein hoher Strom, (Zustand (1)).

In Fig. 18 ist der Flüssigkeitspegel soweit abgesunken, dass sich die Elektroden außerhalb der Lösung befinden. Der Kontakt zwischen den Elektroden 22a, b ist abgerissen, es fließt kein Strom. Die Stellvorrichtung 108 signalisiert den Elektroden 22a, b sich abzusenken, bis das Amperemeter 21 erneut Strom anzeigt und damit Kontakt mit der Flüssigkeit signalisiert.

Dieser Vorgang wiederholt sich, bis schließlich der Endpunkt, nämlich das gewünschte Restvolumen der Flüssigkeit erreicht ist. Hier reißt der Kontakt zwischen den Elektroden 22a, 22b ab. Die Stellvorrichtung 108 bleibt in ihrer Endlage. Der Verdampfungsvorgang wird abgebrochen.

Im Blockdiagramm 21a, das im wesentlichen dem Diagramm in Fig. 17a entspricht, ist dargestellt, dass die als Leitfähigkeitssensoren 22 dienenden Elektroden 22a, b alternativ Strom oder keinen Strom an das Messgerät 21 liefern, das die Zustände (1,0) anzeigt und damit die Stellvorrichtung 108 steuert. Der Positionssensor 108a der Stellvorrichtung 108 steuert die Regeleinrichtung 100 und diese wiederum in Abhängigkeit von der Position der Stellvorrichtung 108 den Druckregler 103a und den Thermoregler 105a. Der Leitfähigkeitssensor 22 wird pendelnd über die Stellvorrichtung 108 stets im Bereich des Pegels der im Verdampfungsgefäß 3, 4 befindlichen Flüssigkeit gehalten. Wenn das Amperemeter 21 länger als 5 Sekunden, z. B. 10 Sekunden lang keinen Stromwert anzeigt, heißt dies, dass die Stelleinrichtung 108 an ihrer untersten Stelle angelangt ist. Der Regeleinrichtung 100 wird das Ende des Verdampfungsprozesses angezeigt, so dass diese die Versuchsparameter abschaltet.

Als eine weitere Möglichkeit zur Bestimmung des Flüssigkeitspegels kennt der Fachmann die Messtechnik unter Anwendung der Gasionisations-Funkenentladung zwischen zwei Elektroden. (Siehe Fig. 22-26).

Die in die Höhe der Messebene einstellbaren Elektroden 23a, b sind mit einem Hochspannungsgenerator 109 verbunden. Solange die beiden Elektroden 23a, b in die im Verdampfungskolben 3, 4 befindliche Flüssigkeit eintauchen, fließt kein Strom, da die Lösung als Isolator wirkt. Sobald der Flüssigkeitsspiegel absinkt, die Elektroden 23a, b frei sind, kommt es zu einer Gasentladung im Gasraum, sofern die Spannung des Generators 109 hoch genug gewählt ist. Der am Messgerät 21 festzustellende Impuls dient als Steuersignal für eine Stelleinrichtung 108, die bewirkt, dass die Elektroden 23a, b erneut bis zum Eintauchen in die Lösung abgesenkt werden. Wenn die Elektroden 23a, b in die Lösung eintauchen, steuert die Regeleinrichtung 100 die Verdampfungsparameter, wie Temperatur und Druck. Bei Eintreten einer Gasentladung werden die Elektroden 23a, b über die Stellvorrichtung 108 genügend nachgestellt, bis die Gasentladung wieder unterbrochen wird. Entsprechend der Position der Stellvorrichtung 108 werden die Verdampfungsparameter über die Regeleinrichtung 100 bis zum gewünschten Restvolumen verändert. Wenn der in Fig. 26 dargestellte Zustand erreicht ist, das heißt, die Verdampfung ist bis zur Erreichung des gewünschten Restvolumens fortgeschritten. Die Stellvorrichtung 108 hat die Elektroden 23a, b bis in ihre unterste Stellung hinuntergefahren, in der sich die Elektroden 23a, b außerhalb der Lösung befinden. Ihre Endlage ist erreicht. Die Regeleinrichtung 100 schaltet die für die Verdampfung erforderlichen Parameter ab und beendet die Tätigkeit der Stelleinrichtung 108. Die für dieses Verfahren erforderliche Schaltung ist aus Fig. 26a zu entnehmen.

Als weiteres Arbeitsprinzip für eine kontinuierliche Bestimmung des Flüssigkeitspegels mit hierdurch über die Regeleinrichtung gesteuertem Verdampfungsverlauf dient die

Wägetechnik. (Siehe Fig. 27 bis 30). Hierbei befindet sich das Verdampfungsgefäß 34 auf einer Waage 24. Die kontinuierliche Abnahme des Gewichts während des Verdampfungs Vorganges d. h. die Anzeigewerte der Waage 24 dienen als Steuerung für die Regeleinrichtung 100. Bei Erreichung des dem Restvolumen entsprechenden Gewichtes wird der Verdampfungs Vorgang beendet. Bei diesem Verfahren ist es allerdings erforderlich, dass das spezifische Gewicht der Restflüssigkeit bekannt ist. Das Blockdiagramm 30a zeigt die für den steuerbaren Verdampfungs Vorgang erforderliche Schaltung.

Die fortlaufende Bestimmung des jeweils vorhandenen Flüssigkeitspegels kann auch durch eine Induktionsspannungsmessung erfolgen. Siehe Fig. 31 bis 34.

Um das Verdampfungsgefäß 3, 4 sind in Abständen übereinander mehrere voneinander unabhängige Induktionsspulen 26a, b, c, . . . n angeordnet, die mit entsprechenden Spannungsmessern 28a, b, c, . . . n verbunden sind.

Auf der Flüssigkeitsoberfläche schwimmt ein magnetisierter Gegenstand, z. B. eine magnetische Kugel 27. Sinkt der Flüssigkeitsspiegel ab, schneiden die magnetischen Kraftlinien des mit dem Flüssigkeitsspiegel absinkenden magnetischen Gegenstandes 27 die Leiterwicklungen der Induktionsspulen 26a, b, c, . . . n und erzeugen in der entsprechenden Spule einen Induktionsstrom, dessen Höhe mittels des dieser Spule zugeordneten Voltmeters 28a, b, c, . . . n mit den Anzeigezuständen 0, 1 registriert wird und zur Steuerung der Regeleinrichtung 100 dient. Entsprechend der in den Fig. 31 bis 34 gezeigten jeweiligen Lage des Flüssigkeitspegels zeigen die verschiedenen Voltmeter 28a bzw. 28b bzw. 28c bzw. 28d den Spannungszustand 0 oder 1 an, der als Steuersignal für die Regeleinrichtung 100 dient. Diese Steuerung erfolgt, bis die Flüssigkeit das gewünschte Restvolumen erreicht hat. Die Fig. 34a zeigt die beschriebene Messanordnung in Form eines Blockdiagramms.

Auch Ultraschallsensoren können für die Bestimmung des Flüssigkeitspegels herangezogen werden. Es ist nämlich bekannt, dass Schallwellen mit Frequenzen > 20 kHz sich in Gasen und Flüssigkeiten unterschiedlich ausbreiten und infolge der sich ändernden Schallimpedanz (Produkt aus Schallgeschwindigkeit und Dichte des Mediums) an Grenzflächen reflektiert werden.

Beim Echoverfahren wird die Reflexion durch einen in der Messebene befindlichen, als Geber und Empfänger dienenden Schallkopf bewirkt, wobei letzterer anzeigt, ob sich in der Messebene Flüssigkeit oder Gas befindet.

Die vorstehend beschriebenen Messtechniken könnten auch in Verbindung mit einem Auffanggefäß für das Destillat vorgenommen werden. Wie in den Fig. 35 bis 37 gezeigt ist, führt eine Verbindungsleitung 29 für die Dämpfe aus dem Verdampfungsgefäß 3, 4 über einen Kühler 30 in ein Destillatauffanggefäß 31. Der Füllvorgang im Auffanggefäß 31 kann unter entsprechender Anwendung der gleichen Messtechniken wie beim Verdampfungsgefäß verfolgt werden. Der Flüssigkeitspegel im Auffanggefäß 31 wird bestimmt und dient zur Steuerung des Verdampfungsverlaufs. Eine entsprechende Übertragung der vorstehend beschriebenen Techniken liegt im Rahmen des Könnens eines Durchschnittsfachmannes.

Fig. 35 zeigt den Beginn der Verdampfung. In Fig. 37 ist der Endpunkt der Verdampfung wiedergegeben. Im Verdampfungsgefäß 3, 4 befindet sich nur noch das gewünschte Restvolumen.

Bei der in den Fig. 1 bis 6 dargestellten Vorrichtung wurde das Verdampfungsgefäß 3, 4 in ein temperierbares Bad eingesetzt. Es ist natürlich auch möglich, an Stelle der steuerbaren Temperatur des Bades das Verdampfungsgefäß und/oder das Bad mittels steuerbarer Infrarotstrahlung oder

unter Anwendung steuerbarer Mikrowellentechnik zu erhitzen.

Die zur Steuerung des Verdampfungs Vorganges geeigneten Regeleinrichtungen können sowohl elektrischer sowie auch elektronischer Art sein und sind jedem Fachmann auf dem Gebiet der Messtechnik bekannt.

Nach dem Gesagten dürfte es für jeden Fachmann möglich sein, auch hier nicht erwähnte Messtechniken zur Grenzwertbestimmung zwischen Flüssigkeit und Gas zur Steuerung einer Regeleinrichtung, durch die der Verlauf des Verdampfungs Vorganges bestimmt wird, einzusetzen. Diese äquivalenten Mittel bilden daher auch Gegenstand dieser Anmeldung.

#### Patentansprüche

1. Verfahren zum Eindampfen von Flüssigkeitsproben auf ein bestimmbares Restvolumen, bei dem mit mindestens einem Sensor die Lage des Flüssigkeitsspiegels in einem Verdampfungsgefäß erfaßt wird, **dadurch gekennzeichnet**, dass das oder die Messergebnisse des oder der Sensoren so an eine Regeleinrichtung weitergeleitet werden, dass nach Maßgabe des jeweiligen Flüssigkeitsspiegels die Verdampfungsparameter in gegenseitiger Abhängigkeit den Ablauf des Verdampfungs Vorganges steuern.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass als Sensor eine optische Sensoren-Technik eingesetzt wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass eine oder mehrere Lichtschranken verwendet werden.
4. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass als Sensor Widerstandsmeßtechnik eingesetzt wird.
5. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass als Sensor Leitfähigkeitsmeßtechnik eingesetzt wird.
6. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass als Sensor Wägetechnik eingesetzt wird.
7. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass als Sensor magnetisch erzeugter Induktionsstrom dient.
8. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der Verdampfungsverlauf mit Hilfe von Ultraschallmessung gesteuert wird.
9. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass Gasionisation-Funkenentladungstechnik eingesetzt wird.
10. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass zur Steuerung des Verdampfungs Vorgangs Wärmeleitfähigkeitsmessung eingesetzt wird.
11. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass zur Steuerung des Verdampfungsverlaufs das Verdampfungsgefäß in ein temperierbares Bad eingesetzt wird.
12. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass der Verdampfungsverlauf mittels Infrarotstrahler gesteuert wird.
13. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass der Verdampfungsverlauf mit Hilfe von Mikrowellentechnik gesteuert wird.
14. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass zur Steuerung des Verdampfungsverlaufs das Verdampfungsgefäß mit einer Vakuumvorrichtung verbunden wird.
15. Verfahren nach einem der vorhergehenden An-



sprüche, dadurch gekennzeichnet, dass zur Steuerung des Verdampfungsverlaufs ein Gas, vorzugsweise ein getrocknetes Gas, in das Verdampfungsgefäß eingeleitet wird.

16. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass sich das Gas auf einer veränderbar erhöhten Temperatur befindet.

17. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass eine Regeleinrichtung elektrischer oder elektronischer Art verwendet wird.

18. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das Verdampfungsgefäß während des Verdampfungsverlaufs rotiert wird.

19. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Steuerung des Verdampfungsverganges bereits während des Füllvorganges beginnt.

20. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass nach Erreichen des gewählten Restvolumens im Verdampfungsgefäß die verbliebene Flüssigkeit sowie gegebenenfalls eine anschließend in das Verdampfungsgefäß gebrachte Spülflüssigkeit aus dem Verdampfungsgefäß abgesaugt und in einen zweiten Probenbehälter überführt wird, dass dem zweiten Probenbehälter soviel reines Lösungsmittel zugeführt wird, bis ein vorbestimmbares Flüssigkeitsvolumen in dem zweiten Probenbehälter erreicht ist und dass das Erreichen des Sollvolumens im zweiten Probenbehälter mittels einer zweiten Lichtschranke angezeigt wird.

21. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach einem der vorhergehenden Ansprüche 1 bis 19 mit einem Verdampfungsgefäß, in dem sich die zu verdampfende Flüssigkeit befindet, deren Flüssigkeitsspiegel mittels eines oder mehrerer Sensoren feststellbar ist, dadurch gekennzeichnet, dass eine Regeleinrichtung (100) vorgesehen ist, der die Meßergebnisse des oder der Sensoren (10a, b; 18a, ... n; 19a; 22a, b; 23a, b; 24; 27; 26a, b, c ... n; 108a) zugeführt werden, um den Verdampfungsverlauf zu steuern.

22. Vorrichtung nach Anspruch 21, dadurch gekennzeichnet, dass die Regeleinrichtung (100) elektrischer oder elektronischer Art ist.

23. Vorrichtung nach Anspruch 21 oder 22, dadurch gekennzeichnet, dass die Regeleinrichtung (100) in Abhängigkeit von der Position einer Stellvorrichtung (108) steuerbar ist.

24. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 21 bis 23, dadurch gekennzeichnet, dass die Stellvorrichtung (108) einen Positionssensor (108a) umfaßt, der in Abhängigkeit von der Lage des Flüssigkeitsspiegels Signale an die Regeleinrichtung liefert.

25. Vorrichtung nach Anspruch 23 oder 24, dadurch gekennzeichnet, dass als Sensoren ein oder mehrere in einem Abstand übereinander außerhalb des Verdampfungsgefäßes (3, 4) und/oder eines Auffanggefäßes (31) für die verdampfte Flüssigkeit (Destillat) angeordnete Lichtschranken (10a, b, 18a, b<sub>(1...n)</sub>) vorgesehen sind.

26. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 23 bis 24, dadurch gekennzeichnet, dass als Sensor für den Flüssigkeitsspiegel ein elektrischer Widerstand (19) im Verdampfungsgefäß (3, 4) und/oder im Auffanggefäß (31) für das Destillat vorgesehen ist.

27. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 23 bis 26, dadurch gekennzeichnet, dass als Sensor für die Lage

des Flüssigkeitsspiegels zwei Elektroden (22a, b) im Verdampfungsgefäß (3, 4) und/oder im Auffanggefäß (31) für das Destillat vorgesehen sind.

28. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 23 bis 27, dadurch gekennzeichnet, dass zur Bestimmung des Flüssigkeitsspiegels zwei Elektroden (23a, b) im Verdampfungsgefäß (3, 4) und/oder im Auffanggefäß (31) für das Destillat vorgesehen sind, die mit einem Hochspannungsgenerator (109) verbunden sind.

29. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 23 bis 28, dadurch gekennzeichnet, dass als Sensoren Thermistoren eingesetzt sind, deren Wärmeleitfähigkeitssignale eine Stelleinrichtung (108) für die Thermistoren und/oder die Regeleinrichtung (100) steuern.

30. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 23 bis 29, dadurch gekennzeichnet, dass sich das Verdampfungsgefäß (3, 4) und/oder das Auffanggefäß (32) für das Destillat auf einer Waage (24) befinden und während des Verdampfungsverlaufs kontinuierlich gewogen werden, wobei die Meßergebnisse zur Steuerung der Regeleinrichtung (100) dienen.

31. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 23 bis 30, dadurch gekennzeichnet, dass zur Bestimmung des Flüssigkeitsspiegels um das Verdampfungs- und/oder Auffanggefäß (3, 4, 31) Stromschleifen (26a, b, c ... n) verlaufen und deren Induktionsströme durch einen auf der Flüssigkeit schwimmenden magnetisierten Gegenstand (27) erzeugt werden.

32. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 23 bis 31, dadurch gekennzeichnet, dass das Verdampfungsgefäß in ein temperierbares Bad (2) eingesetzt ist.

33. Vorrichtung nach Anspruch 32, dadurch gekennzeichnet, dass zur Erwärmung des Bades (2) und/oder des Verdampfungsgefäßes (3, 4) ein steuerbarer Infrarotstrahler dient.

34. Vorrichtung nach Anspruch 32, dadurch gekennzeichnet, dass zur Erwärmung des Bades (2) und/oder des Verdampfungsgefäßes (3, 4) eine steuerbare Mikrowelle eingesetzt ist.

35. Vorrichtung nach Anspruch 32, dadurch gekennzeichnet, dass zur Erwärmung des Bades (2) eine steuerbare Widerstandsheizung vorgesehen ist.

36. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 23 bis 35, dadurch gekennzeichnet, dass das Verdampfungsgefäß mit einer steuerbaren Vakuumvorrichtung (9) verbunden ist.

37. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 23 bis 35, dadurch gekennzeichnet, dass das Verdampfungsgefäß während des Verdampfungsverlaufs mit steuerbarer Umdrehungszahl rotiert.

38. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 23 bis 35, dadurch gekennzeichnet, dass die Rotationsachse des Verdampfungsgefäßes vertikal verläuft und mit der Längsmittelachse des Verdampfungsgefäßes (3, 4) zusammenfällt.

39. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 23 bis 38, dadurch gekennzeichnet, dass sich der Innenraum des Verdampfungsgefäßes (4) an seinem der Füllöffnung gegenüberliegenden Ende in einen zylindrischen oder birnenförmigen Fortsatz (3) verjüngt.

40. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 23 bis 39, dadurch gekennzeichnet, dass mindestens ein Sensor (10a, b) im Ansatzbereich des Fortsatzes (3) des Verdampfungsgefäßes angeordnet ist.

41. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 23 bis 40, dadurch gekennzeichnet, dass eine Absaugleitung (7) in den Fortsatz (3) des Verdampfungsgefäßes (4) reicht, die zu einem Sammelgefäß (13) führt, aus dem



das aus dem Fortsatz (3) abgesaugte Konzentrat sowie eine gegebenenfalls in den Kolben nachträglich eingefüllte und ebenfalls abgesaugte Spüllösung in einen weiteren Probenbehälter (16) füllbar ist, der sich zur Füllstandsbestimmung zwischen einer weiteren Lichtschranke (17a, b) befindet. 5

42. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 23 bis 41, dadurch gekennzeichnet, dass eine erste Zuleitung (5) für die zu verdampfende Flüssigkeit (6) vorgesehen ist.

43. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 23 bis 42, 10 dadurch gekennzeichnet, dass das Verdampfungsgefäß (4) mit einer zweiten Zuleitung (8) für das Spülmittel verbindbar ist.

---

Hierzu 16 Seite(n) Zeichnungen

---

15

20

25

30

35

40

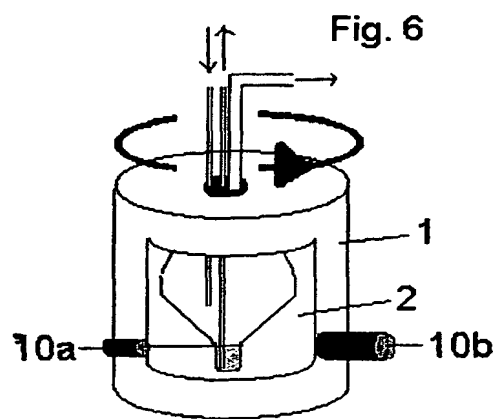
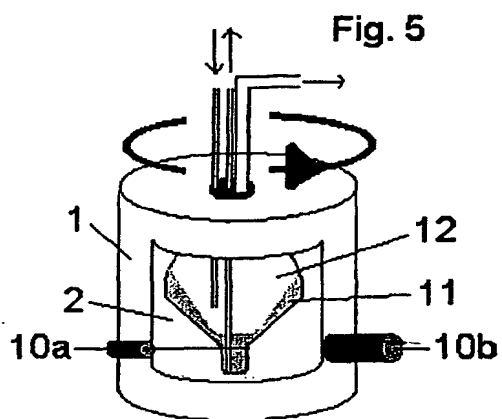
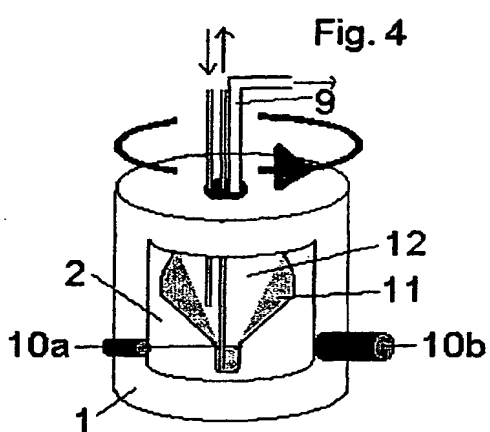
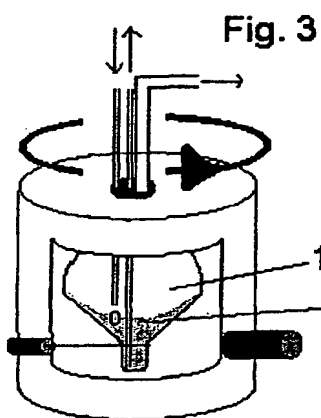
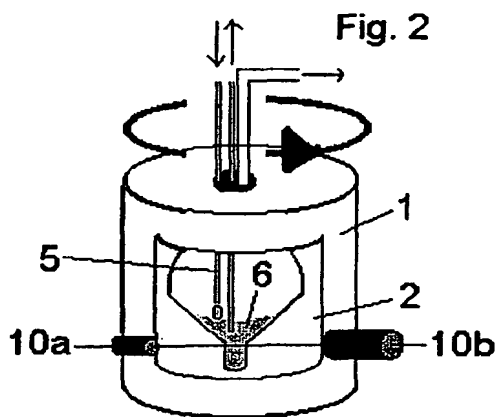
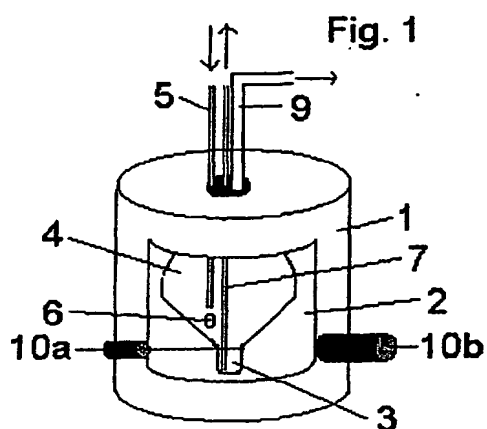
45

50

55

60

65



Figur 6a

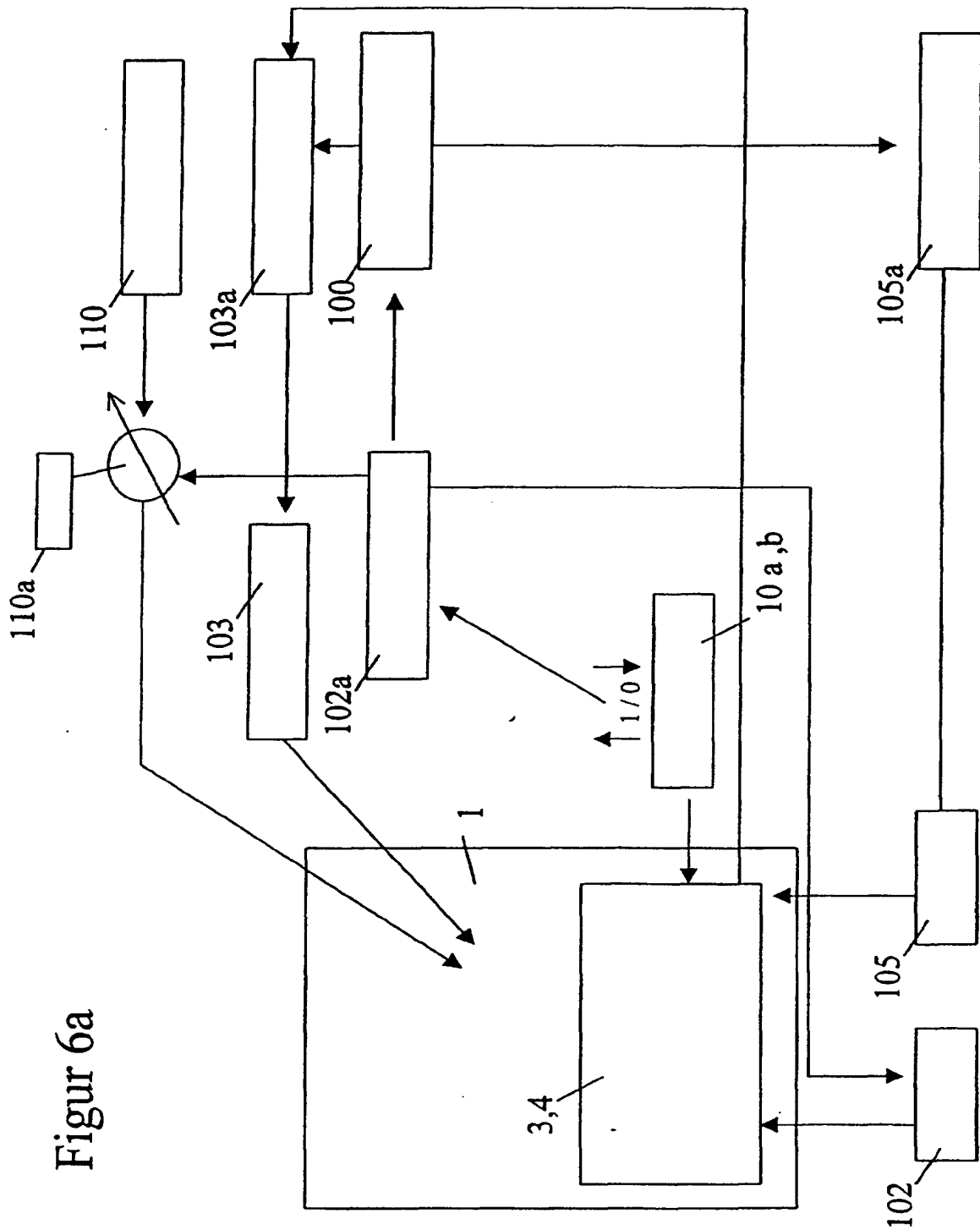
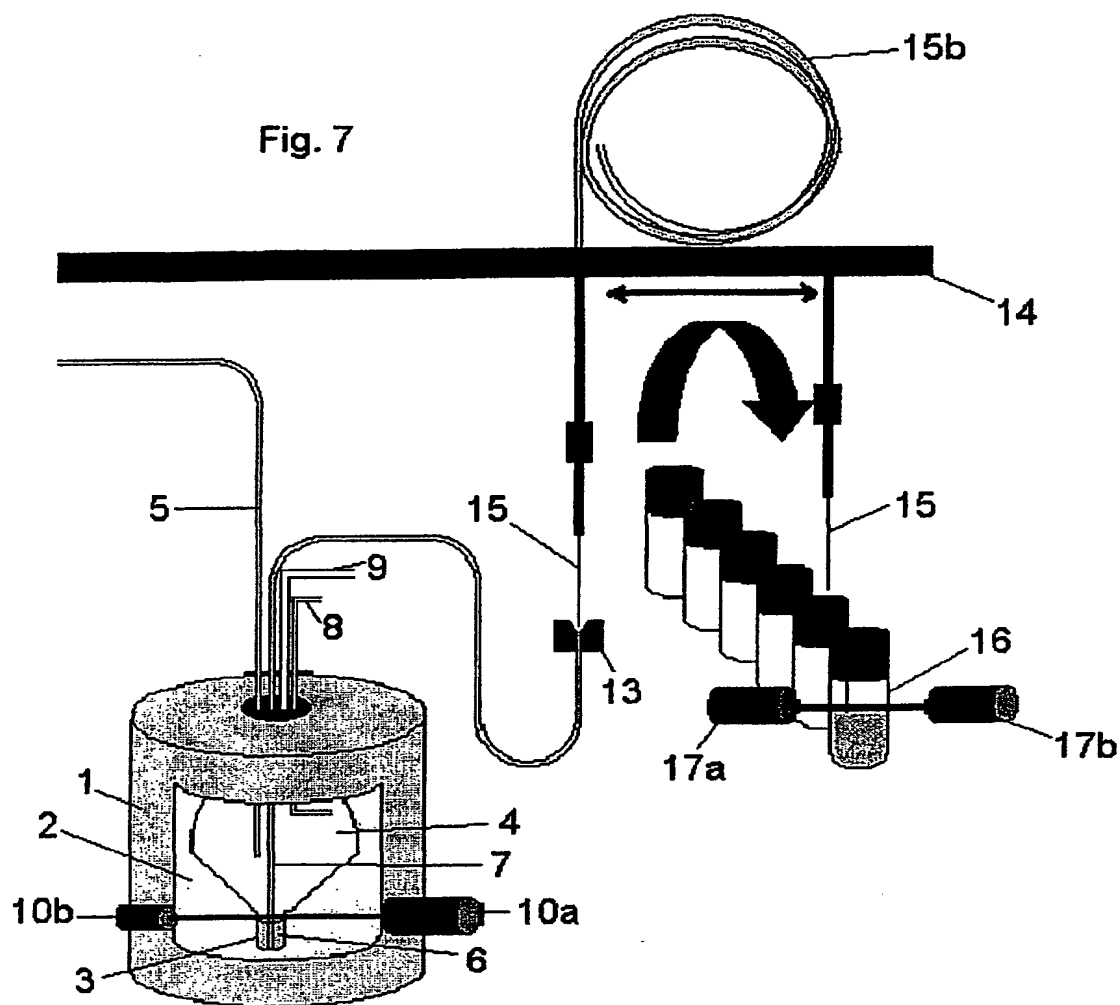
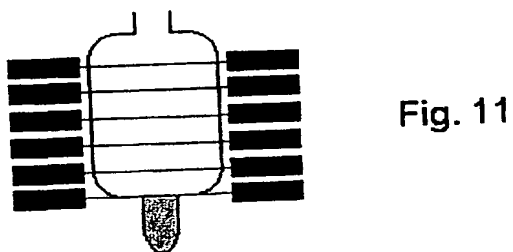
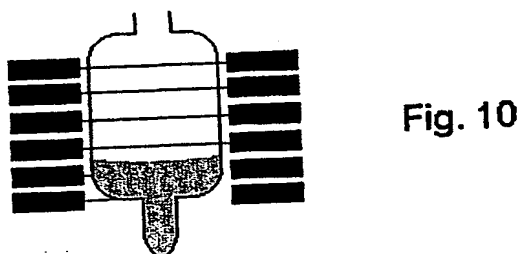
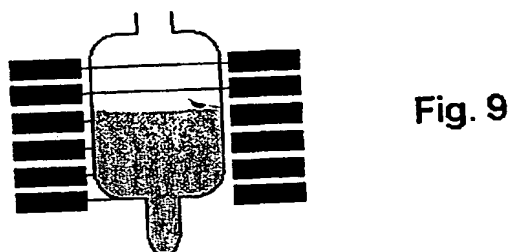
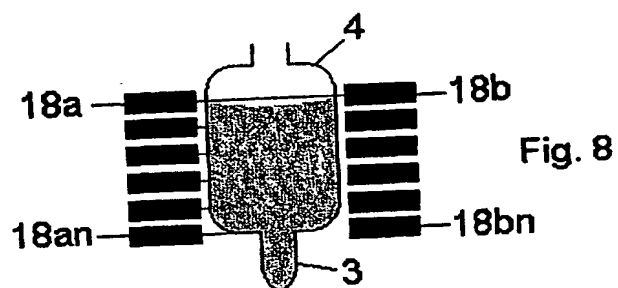
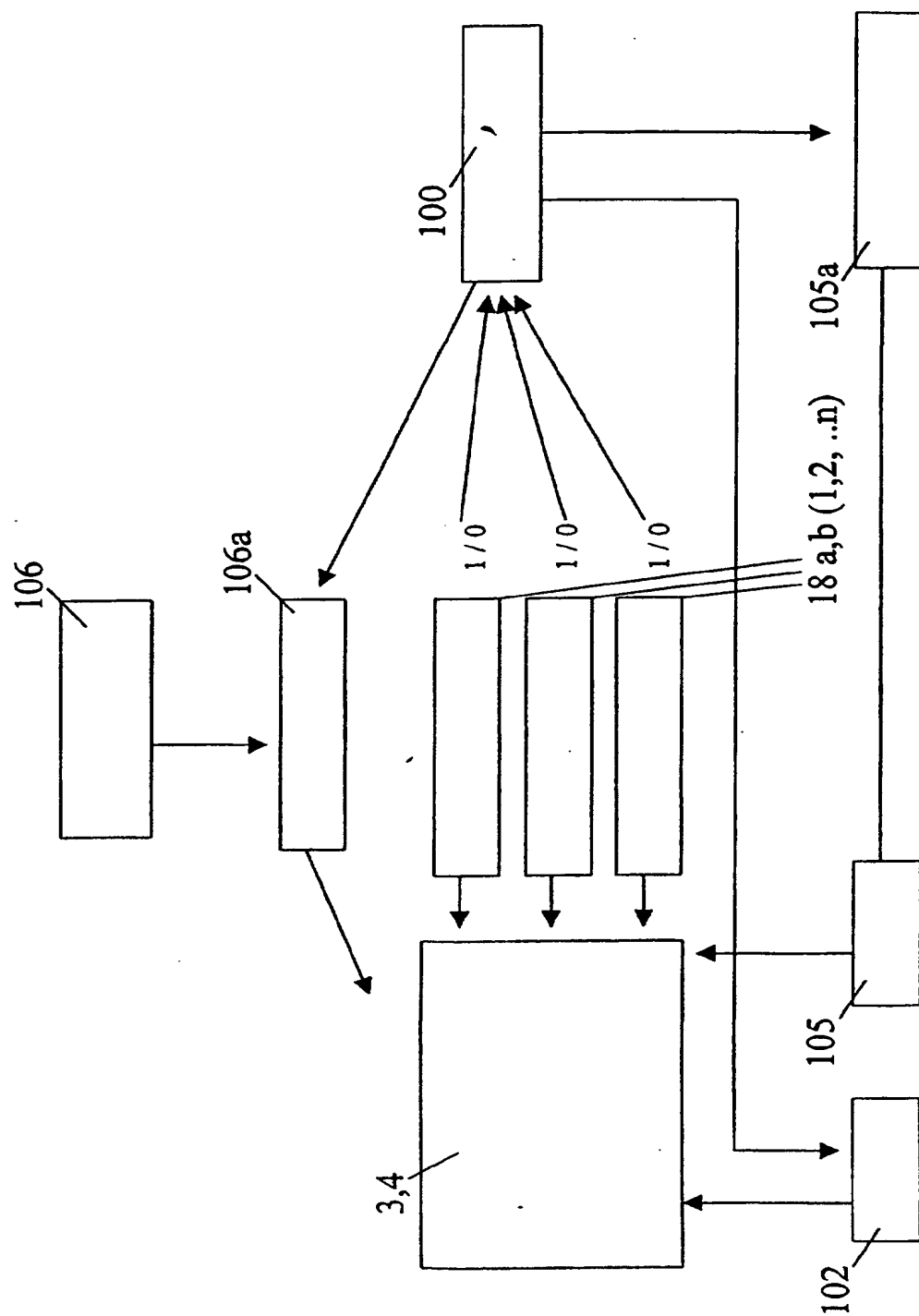


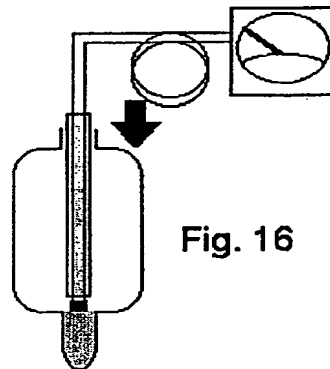
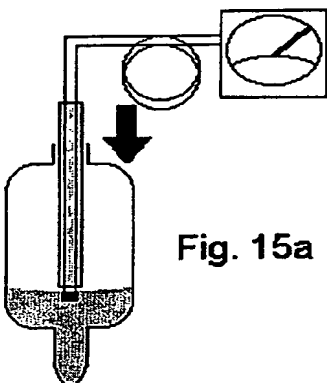
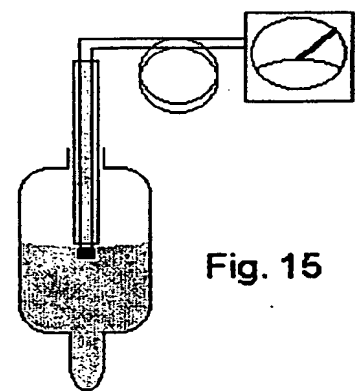
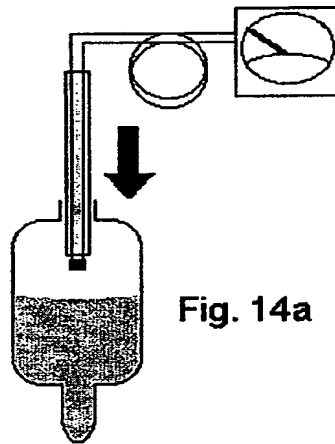
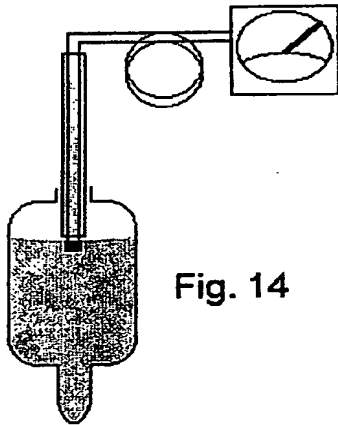
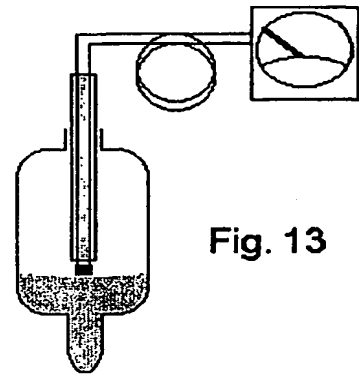
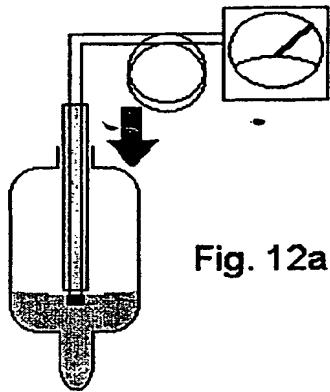
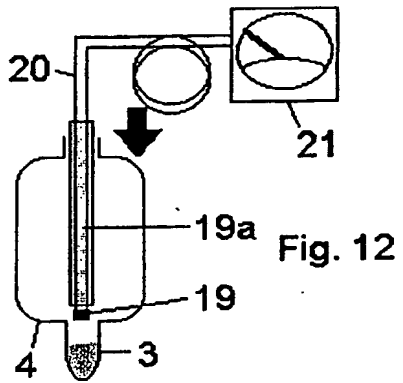
Fig. 7





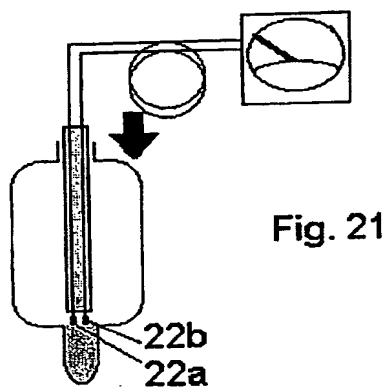
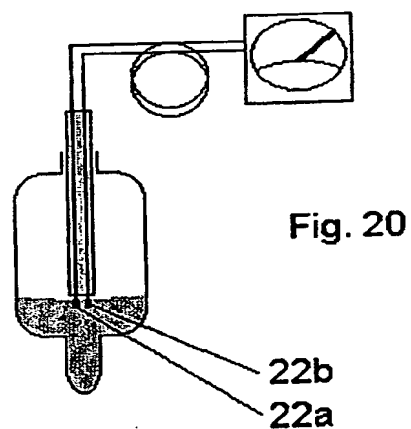
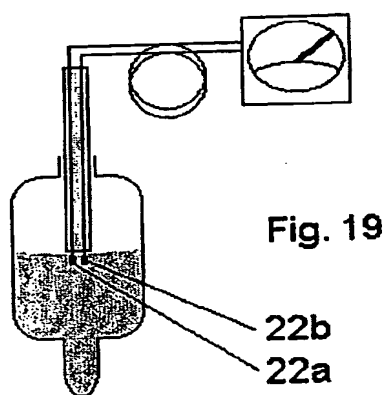
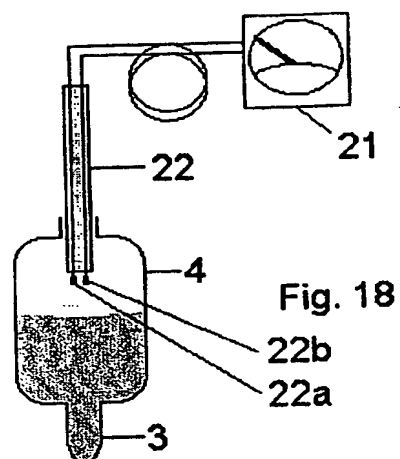
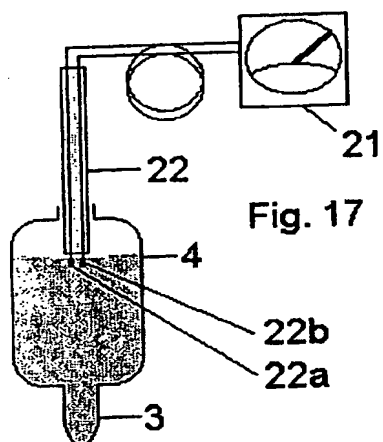
Figur 11a



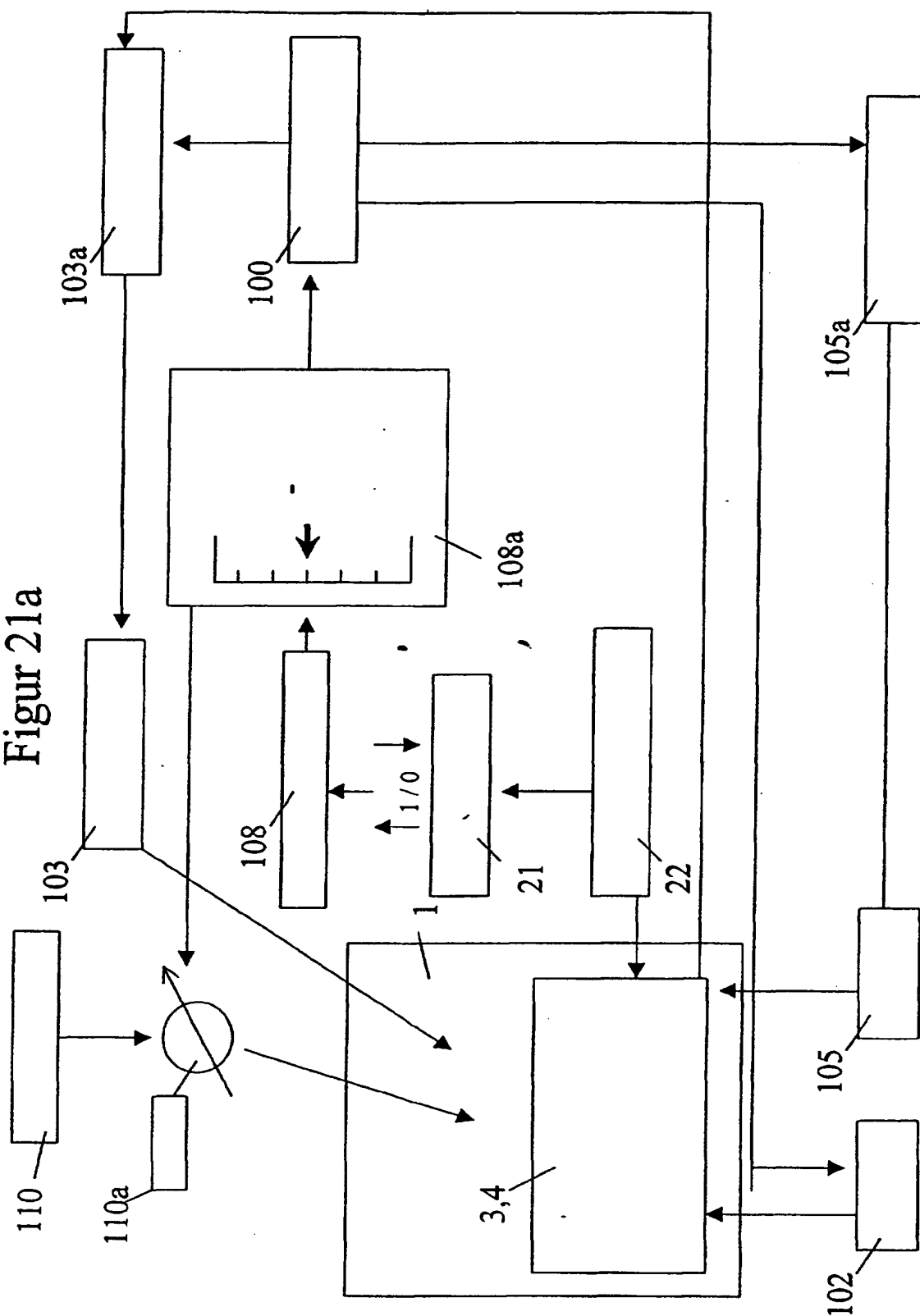








Figur 21a



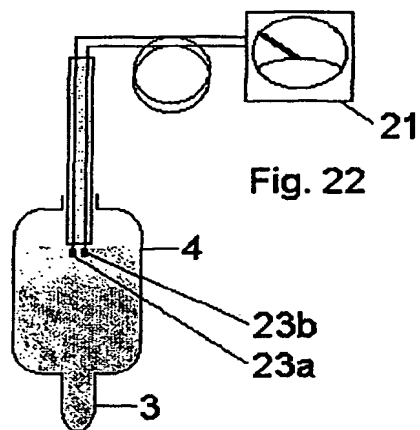


Fig. 22

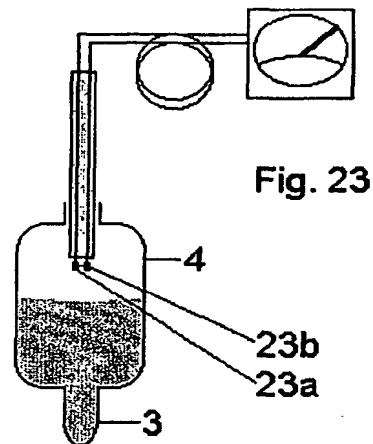


Fig. 23

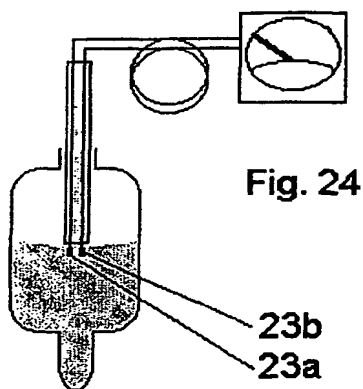


Fig. 24

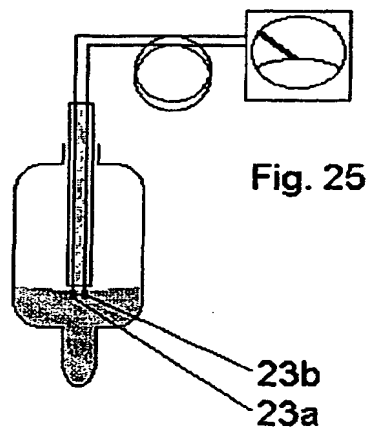


Fig. 25

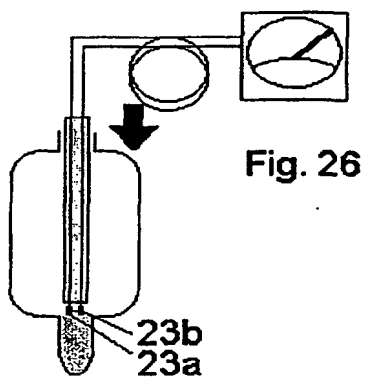
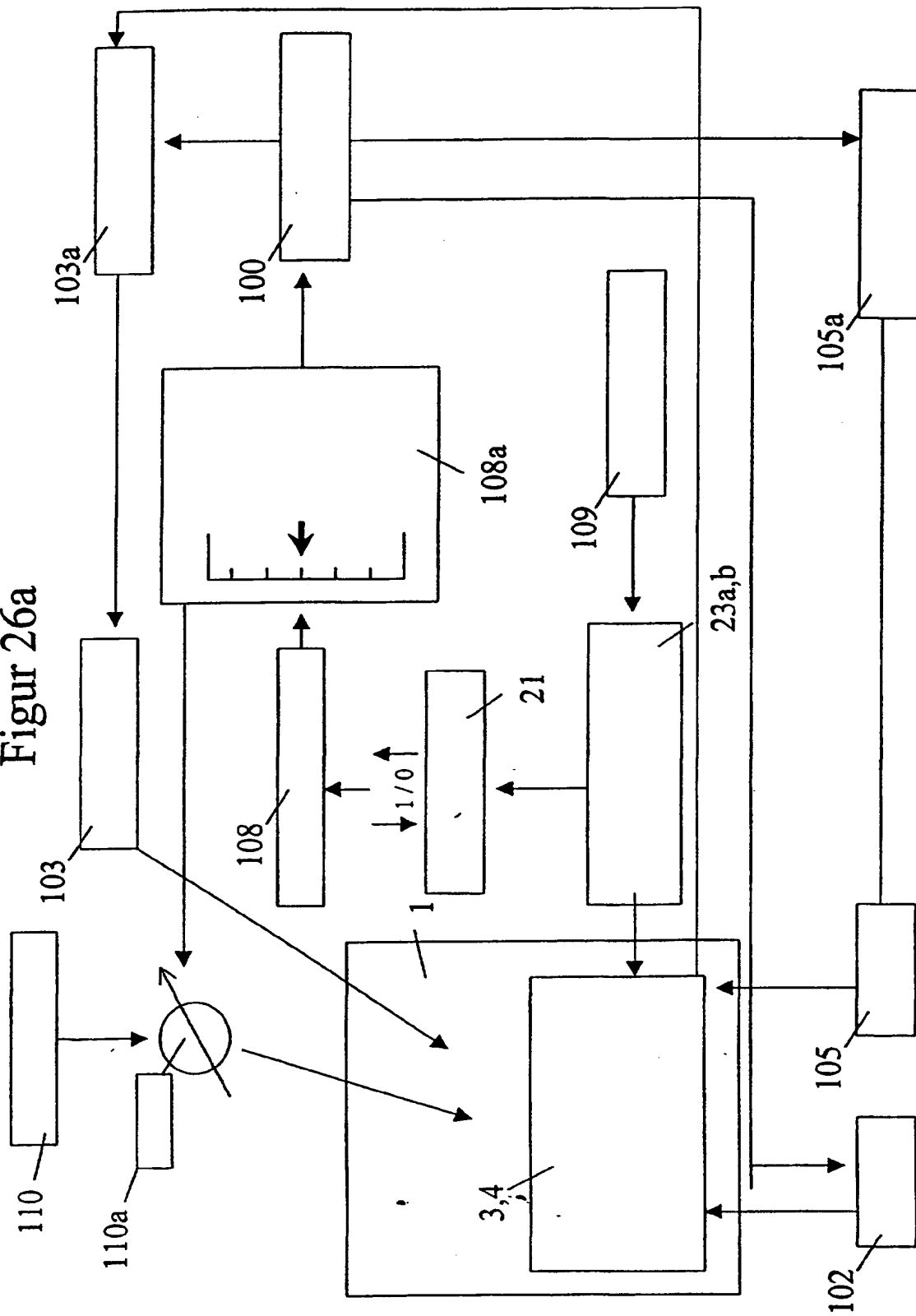


Fig. 26

Figur 26a



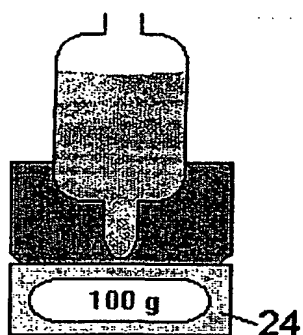


Fig. 27

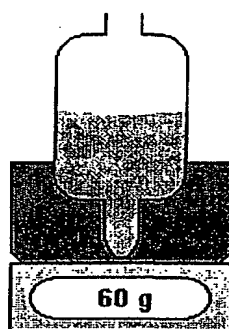


Fig. 28

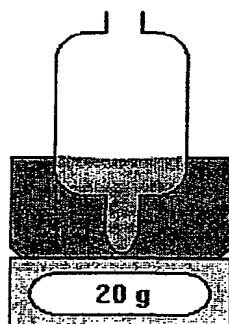


Fig. 29

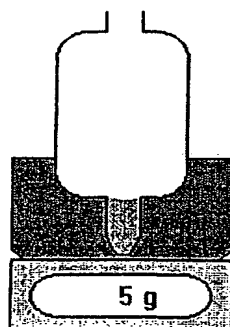
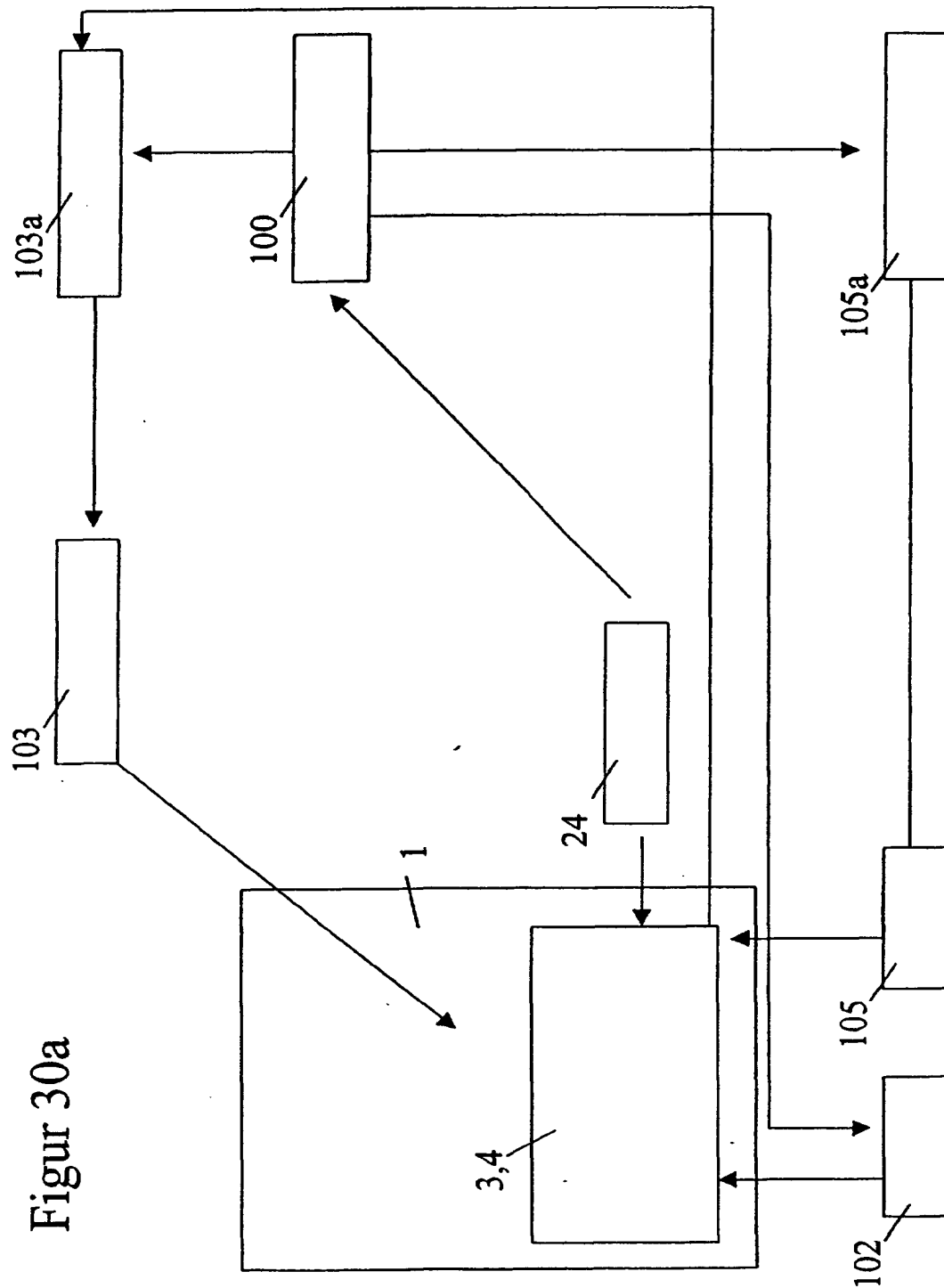


Fig. 30



Figur 30a



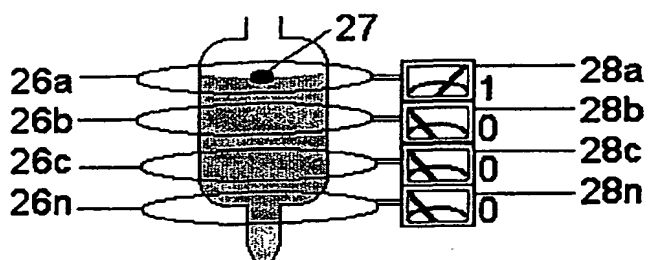


Fig. 31

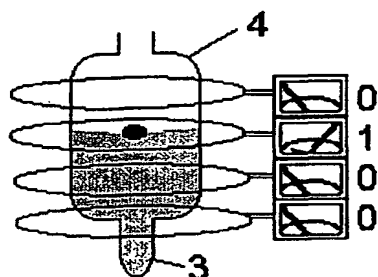


Fig. 32

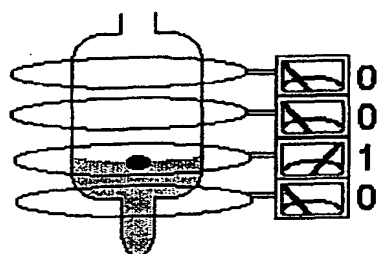


Fig. 33

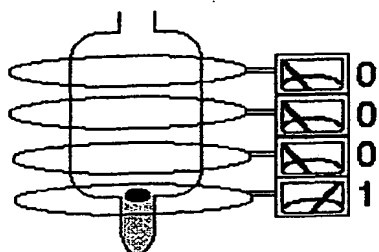
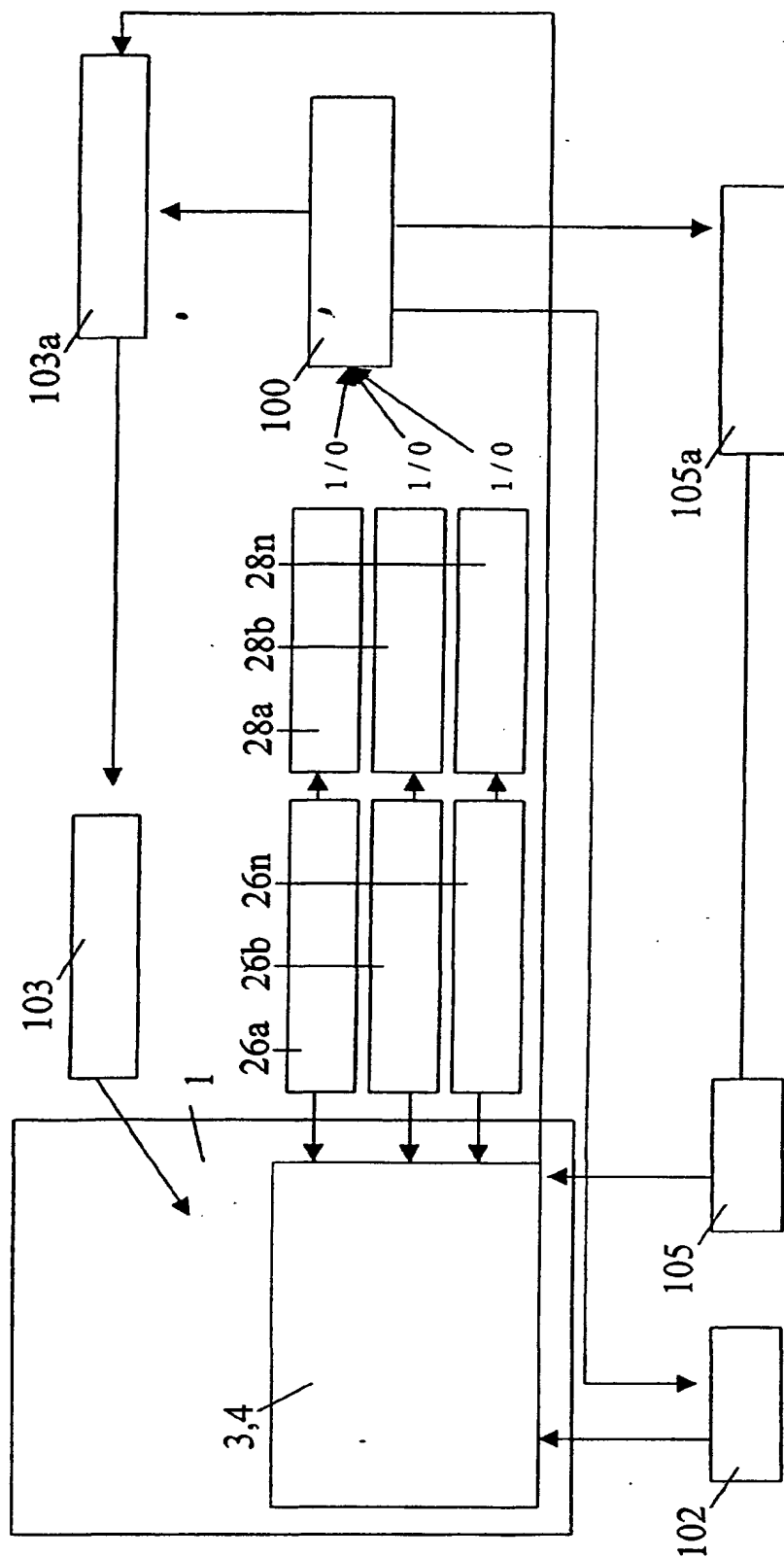


Fig. 34

Figur 34a



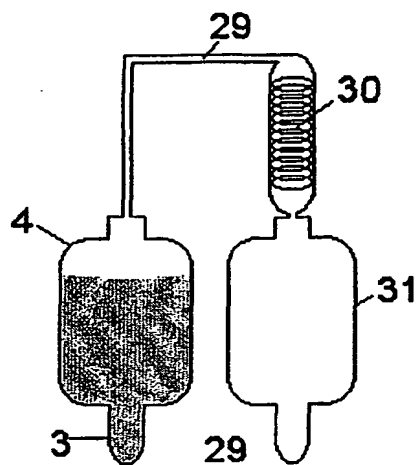


Fig. 35

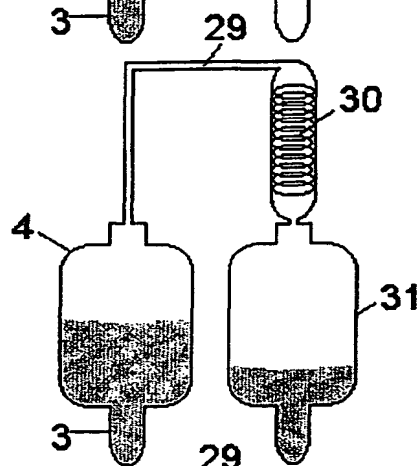


Fig. 36

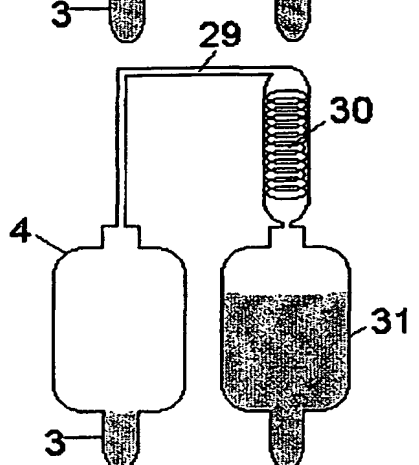


Fig. 37